PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-133621

(43) Date of publication of application: 12.05.2000

(51)Int.CI.

€1

H01L 21/304 B24B 37/00 C09K 3/14 H01L 21/3205

(21)Application number: 10-305347

(71)Applicant: TOKYO MAGNETIC PRINTING CO

LTD

(22)Date of filing:

27.10.1998

(72)Inventor: ITAKURA TETSUYUKI

SAKURAI SHIN

(54) COMPOSITION FOR CHEMICAL MECHANICAL POLISHING

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress an etching rate to a metal film and to increase the polishing rate of a chemical and mechanical polishing composition by a method wherein the total of the concentrations of an oxidizing agent and an amino acid in the chemical and mechanical polishing composition is set in a specified range.

SOLUTION: A chemical and mechanical polishing composition contains abrasive grains, such as of silicon dioxide, aluminium oxide, cerium oxide, silicon nitride and zirconium oxide, an oxidizing agent, such as peroxide, hypochlorous acid, ozone water, an organic peroxide and an water soluble peroxacide, an inhibitor such as benzotriazole, benzofuroquixane, catechol, melamine and an inhibitor using these dielectrics, and an amino acid. The total of the concentrations of the oxidizing agent and the amino acid in such the chemical and mechanical polishing composition is set in 0.1 to 0.8 wt.% of a concentration. As a result, an etching rate to a metal film can be suppressed and the composition can be polished at a high polishing rate.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-133621 (P2000-133621A)

(43)公開日 平成12年5月12日(2000.5.12)

| (51) Int.Cl. ⁷ | | 識別記号 | FΙ | | | テーマコード(参考) |
|---------------------------|---------|-------|---------|--------|---------|------------|
| H01L | 21/304 | 6 2 2 | H01L | 21/304 | 6 2 2 D | 3 C 0 5 8 |
| B 2 4 B | 37/00 | | B 2 4 B | 37/00 | Н | 5 F O 3 3 |
| C09K | 3/14 | 5 5 0 | C 0 9 K | 3/14 | 5 5 0 Z | |
| H01L | 21/3205 | | H01L | 21/88 | K | |

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 6 頁)

| (21)出願番号 | 特願平10-305347 | (71) 出額人 390027443 |
|----------|-------------------------|--------------------------------|
| | | 東京磁気印刷株式会社 |
| (22)出願日 | 平成10年10月27日(1998.10.27) | 東京都台東区台東1丁目5番1号 |
| | | (72)発明者 板倉 哲之 |
| | | 東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気 |
| | | 印刷株式会社内 |
| | | (72)発明者 櫻井 伸 |
| | | 東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気 |
| | | 印刷株式会社内 |
| | | (74)代理人 100067817 |
| | | 弁理士 倉内 基弘 (外1名) |
| | | Fターム(参考) 30058 AA07 DA02 DA12 |
| | | 5F033 HH11 PP15 QQ08 QQ48 QQ50 |
| | | WW01 WW04 XX01 |

(54) 【発明の名称】 化学機械研磨組成物

(57)【要約】

【課題】 この発明は、半導体配線製造工程におけるアルミニウム、銅及びタングステン等の金属の配線等の研磨段階において、エッチング速度を抑えかつ研磨速度を増大させる化学機械研磨組成物(CMP組成物)に関する。

【解決手段】 この発明は、研磨砥粒、酸化剤、抑制剤及びアミノ酸を含む化学機械研磨組成物おいて、前記化学機械研磨組成物中の前記酸化剤及び前記アミノ酸の濃度の合計が0.1~0.8重量%である化学機械研磨組成物を提供する。

【特許請求の範囲】

(1

- 5

【請求項1】 研磨砥粒、酸化剤、抑制剤及びアミノ酸 を含む化学機械研磨組成物おいて、前記化学機械研磨組 成物中の前記酸化剤及び前記アミノ酸の濃度の合計が 0.1~0.8重量%である化学機械研磨組成物。

【請求項2】 前記酸化剤が過酸化水素であり、前記ア ミノ酸がグリシンであり、前記抑制剤がベンゾトリアゾ ールである請求項1に記載の化学機械研磨組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】この発明は、半導体配線製造 工程におけるアルミニウム、銅及びタングステン等の金 属の配線等の研磨段階において、エッチング速度を抑え かつ研磨速度を増大させる化学機械研磨組成物(CMP組 成物)に関する。

[0002]

【従来の技術】近年のコンピューターを始めとするハイ テク製品の進歩は目覚ましく、これに使用される部品、 例えばULSIは年々高集積化・高速化の一途をたどってい る。これに伴い、半導体装置のデザインルールは年々微 20 細化が進み、即ち、半導体デバイスにおいては微細バタ ーン化つまり配線密度の向上を実現させる方策として、 半導体デバイスを二次元のものとしてとらえ線幅のよう な横方法の寸法を微細化していく傾向である。また半導 体プロセスの回路形成では、ウェハ上に塗布された感光 剤(レジスト)にマスクを通して光を照射しフォトレジ ストパターンを形成するリソグラフィー技術が利用され ており、昨今のデバイスの微細化要求により、髙精度な フォトレジストパターンを形成しなければならず、その ための方策として照射に使用する光の波長を短くする必 30 要があり、またデバイス表面のところでパターンを結像 するつまり焦点深度を浅くする必要性があり、デバイス 製造プロセスの焦点深度は浅くなり、パターン形成面に 要求される平坦性は厳しくなってきている。また配線の 微細化に伴う配線抵抗の増大に対処するため、デバイス の多層化による配線長の短縮や、配線材料自体を低比抵 抗化且つエレクトロマイグレーション性に優れる銅(C u)が採用される傾向にあり、このような配線金属材料 の研磨において、研磨砥粒による機械的作用と酸化剤に よる化学的作用(エッチング)を併合した化学機械研磨。 (CMP、Chemical Mechanical Polishing) 加工技術が検 討されている。

【0003】しかしながら化学機械研磨加工技術を用い て銅膜を研磨除去する従来例では、研磨速度を向上させ ることを目的として化学的作用を付与させており、エッ チング性が高くビアホール(多層配線構造において上下 の導電層間を接続するための接続孔)内上部の銅がエッ チングされてしまい、プラグロス(上部導電層とビアホ ール内に形成された配線金属との接点不良)が発生する という問題があった。また、酸化剤濃度を調整し化学的 50 及びアミノ酸を含み、その抑制剤及びアミノ酸の濃度の

作用を低下させエッチング速度を抑えたスラリー研磨液 も存在するが、研磨速度が遅いという問題があった。 【0004】そのために、銅のエッチングを防止する別 の方法として、抑制剤であるベンゾトリアゾールを用い ることが知られている(J.B.Cotton, Proc. 2nd Inter n. Congr. Metallic Corrosion, p.590 (1963), D.Chad wick et al., Corrosion Sci., 18, 39 (1978)、能登谷 武雄, 防錆管理, 26(3), 74 (1982)、岡部平八郎編 "石油製品添加剤の開発と最新技術"シーエムシー(199 10 8) p 77~82等)。これはベンゾトリアゾールが、銅及び 銅合金表面に緻密な被膜を形成することにより、酸化剤 による銅のイオン化を抑制することを利用している。 【0005】これらの他に、特開平10-116804号には、 半導体デバイスの銅を含む金属の化学機械研磨に用い得 る種々のベンゾトリアゾールを含む芳香族化合物組成物 が開示されている。また、特開平8-64594号には、スラ リー研磨液に抑制剤としてベンゾトリアゾールを添加し 銅表面に被膜を形成させエッチング速度を低減させる方 法が開示されている。また、特開平8-83780号には、半 導体デバイスの化学機械研磨において酸化剤、アミノ酢 酸、水及びベンゾトリアゾール又はその誘導体を含む研 磨剤を用いると、ディッシングの発生を抑制し高い研磨 速度で信頼性の高い誘導膜を形成できることが記載され ており、更に研磨剤中のベンゾトリアゾールの濃度を上 げると研磨速度及びエッチング速度が共に減少すること

[0006]

が開示されている。

【発明が解決しようとする課題】半導体製造工程におけ る配線等の研磨段階に用いるための、研磨砥粒、酸化 - 剤、抑制剤及びアミノ酸を含む化学機械研磨組成物おい て、研磨速度に影響する因子を比べてみると、研磨速度 を増大させる要因としては酸化剤及びアミノ酸の濃度を 上げることがあり、一方研磨速度を減少させる要因とし ては抑制剤の濃度を上げることがあると考えられる。し かし、単に酸化剤及びアミノ酸の濃度を上げると、ビア ホール上部の金属が溶解して配線が断線してしまうとい う不具合(即ち、プラグロス)が発生し、好ましくな い。一方、単にベンゾトリアゾール等の抑制剤の濃度を 上げるか又は酸化剤の濃度を下げるとエッチング速度が 遅くなりプラグロス等の不具合が防止されるが、同時に 研磨速度も遅くなってしまい、生産性上好ましいことで はない。そのため、エッチング速度を抑えてなおかつ研 磨速度を増大させる化学機械研磨組成物が求められてい た。

[0007]

【課題を解決するための手段】本願発明者らは、半導体 製造工程における配線等の研磨段階において、エッチン グ速度を抑えてなおかつ研磨速度を増大させる手段につ いて鋭利検討を重ねた結果、研磨砥粒、酸化剤、抑制剤

- 5

€ ¹

合計を一定範囲にした化学機械研磨組成物が、金属膜に 対するエッチング速度を抑え且つ研磨速度を増大させる ことを見出し、それにより半導体基板上の金属膜の平坦 化が可能となることを見出した。即ち、研磨砥粒、酸化 剤、抑制剤及びアミノ酸を含む化学機械研磨組成物おい て、前記化学機械研磨組成物中の前記酸化剤及び前記ア ミノ酸の濃度の合計が0.1~0.8重量%である化学 機械研磨組成物は金属膜に対するエッチング速度を抑え 且つ研磨速度を増大させる。

【0008】本発明では、抑制剤を研磨液中に添加する 10 ことにより、銅膜上に酸化防止被膜を形成し、酸化剤に よる銅のイオン化を抑制することによりエッチング性を 抑え、研磨時においては、パッド及び砥粒との摩擦によ って酸化防止被膜が剥離することにより、酸化剤が銅表 面をイオン化させることを可能とする。更に、研磨速度 を向上させるためには、より効果的に化学的作用を発現 させるねばならないと考え、低濃度の抑制剤でエッチン グ防止効果を発現させる工夫を試みた。酸化剤として過 酸化水素を使用する場合、水素イオンまたは水酸化物イ オンが必要となる。また過酸化水素は、酸性系において 20 塩基性に比べより強力な酸化剤として作用することが知 られている。そこで系内に水素イオンを放出せず水素イ オン供給源となる化合物として、アミノ酸に着目した。 アミノ酸は、一分子中にアミノ基とカルボキシル基を有 し、酸性領域では、カルボキシル基の部分で解離した水 素イオンをアミノ基がイオンの形で保持することが出来 る。そこで、かさ高い水素イオン供給源としてアミノ基 を使用することにより低濃度の抑制剤でエッチング防止 効果が発現すると考えた。

【0009】またエッチング性と研磨性の要因を考える と、エッチング時においては、酸化作用を向上させる要 因として、酸化剤濃度,水素イオン供給源(即ち、アミ ノ酸) 濃度などがあり、また酸化防止作用を向上させる 要因としては、抑制剤濃度がある。次に研磨時の要因に 着目すると、酸化作用を向上させる要因としては、酸化 剤濃度,水素イオン供給源濃度以外にも更に砥粒濃度及 び硬度や研磨パッドなどの機械的作用の要因も作用す る。研磨時に機械的作用をより効果的に発揮させるに は、エッチングにおいて低酸化作用及び低酸化防止作用 でバランスをとる必要がある。そうすることにより、機 40 械的作用が効果的に威力を発揮し低エッチング速度且つ 高研磨速度が実現する事が可能となる。

[0010]

【発明の実施の形態】本発明に用いられる研磨砥粒は、 研磨加工一般に用いられるものであれば特に限定される ことなく使用することが出来る。具体的には、二酸化ケ イ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化ケイ素お よび酸化ジルコニウムなどが挙げられる。より好ましく は、四塩化金属を酸水素炎中で気相合成したヒュームド 層で加水分解して焼成したシリカやアルミナなどが挙げ られる。使用される研磨材粒子の粒径は、0.005~5μ m、好ましくは0.01~3μmである。研磨材の粒子径がと こに示した範囲よりも小さいと研磨速度が小さくなり、 逆に大きいと表面粗さが大きくなり加工面品位に悪影響 を与える。研磨材粒子のスラリー組成物中における濃度 は、0.1~50重量%、好ましくは1~30重量%が一般的 であり、研磨能率や研磨精度を考慮し調製する必要があ る。研磨材の含有量が少ないと研磨速度が小さくなり、 逆にここに示した範囲よりも多いと均一分散する事が難 しくなり、かつ粘度が増大し取り扱いが困難となる。粒 子を均一に分散させることを目的として、保護剤を使用

してもよい。 【0011】保護剤としては、界面活性剤及び高分子が 考えられる。界面活性剤には、アニオン性、カチオン 性、両性及びノニオン性界面活性斉がある。アニオン性 界面活性剤は、スルフォン酸(-SO,H)、硫酸エステ ル(-〇S〇,H)、カルボン酸(-C〇〇H)、燐酸エ ステル、フォスフォン酸などの可溶性塩が使用出来る。 これらの可溶性塩類は、例えば、アルキルベンゼンスル ホン酸ナトリウム(ABS)、ドデシル硫酸ナトリウム (SDS)、ステアリン酸ナトリウム、ヘキサメタ燐酸 ナトリウム、アルキルベンゼンスルフォン酸ナトリウム などがある。カチオン性界面活性剤としては造塩し得る 第1~3級アミンを含有する単純なアミン塩、これらの 変性塩類、第4級アンモニウム塩、フォスフォニウム塩 やスルフォニウム塩などのオニウム化合物、ピリジニウ ム塩、キノリニウム塩、イミダゾリニウム塩などの環状 窒素化合物、異環状化合物などが使用できる。これらの - 30 - カチオン性界面活性剤は例えば、塩化セチルトリメチル アンモニウム(CTAC)、臭化セチルトリメチルアン モニウム(CTAB)、臭化セチルジメチルベンジルア ンモニウム、塩化セチルピリジニウム、塩化ドデシルピ リジニウム、塩化アルキルジメチルクロロベンジルアン モニウム、塩化アルキルナフタレンピリジニウムなどが ある。ノニオン性界面活性剤としては、ポリェチレング リコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキル エーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテ ルなどの脂肪酸に酸化エチレンを付加重合させたもの **- や、エーテル型ノニオン性界面活性剤、ポリエチレング** リコール縮合型の界面活性剤を用いることが出来る。こ れらのノニオン性界面活性剤は例えば、POE(10) モノラウレート、POE(10, 25, 40, 45, 5 5) モノステアレート、POE(21, 25) ラウリル エーテル、POE(15, 20, 23, 25, 30, 4) 0) セチルエーテル、POE(20) ステアリルエーテ ル、POE (7.5, 10, 15, 18, 20) ノニル フェニルエーテル、POE(10,30)オクチルフェ ニルエーテルなどがある。(POEはポリオキシエチレ シリカ、ヒュームドアルミナや、金属アルコキシドを液 50 ンであり、括弧内の数字は酸化エチレンの付加モル数を

4 *

表す)両性界面活性剤としては、分子中にアニオンにな る-COOH基、-SO,H基、-OSO,H基及び-OP O, H, 基などの中から少なくとも一種類以上の原子団と カチオンになる原子団として1~3級アミンまたは第4 級アンモニウムとを含有する化合物を使用することが出 来る。例えばベタイン、スルフォベタイン、サルフェー トベタイン型などがあり、より具体的にはラウリルジメ チルアミノ酢酸ベタイン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-N -カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチレンジアミン ナトリウムなどが挙げられる。また、髙分子は、イオン 10 性高分子と非イオン性高分子に大別される。イオン性高 分子には、例えばアルギン酸またはその塩、ポリアクリ ル酸またはその塩、セルロース、カルボキシメチルセル ロース、ヒドロキシエチルセルロースなどが挙げられ る。また非イオン性高分子には、ポリビニルアルコー ル、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール、 ポリアクリルアミドなどが挙げられる。通常これら保護 剤は化学機械研磨組成物に対して0.01~2重量%で 用いてもよい。

【0012】酸化剤としては、重金属イオンなどのコン 20 タミネーションが少ないという理由から、過酸化物(H 2O2、Na2O2、BaO2、(C6H,CO)2O2等)、 次亜塩素酸(HC1O)、オゾン水、有機過酸化物(ケ トンパーオキサイド類(メチルエチルケトンパーオキサ イド、メチルイソプチルケトンパーオキサイド、シクロ ヘキサノンパーオキサイド、メチルシクロヘキサノンバ ーオキサイド、3,3,5-トリメチルシクロヘキサノ ンパーオキサイド等)、ジアシルパーオキサイド類(ア セチルバーオキサイド、プロピオニルバーオキサイド、 イド、3,5,5-トリメチルヘキサノイルパーオキサ イド、デカノイルパーオキサイド、ラウロイルパーオキ サイド、ベンゾイルパーオキサイド、P-クロロベンゾ イルパーオキサイド、2、4-ジクロロベンゾイルパー オキサイド、アセチルシクロヘキサンスルホニルパーオ キサイド等)、ヒドロパーオキサイド類(tーブチルヒ ドロパーオキサイド、キュメンヒドロパーオキサイド、 ジーイソプロピルベンゼンヒドロパーオキサイド、P-メンタンヒドロパーオキサイド、2,5-ジメチルヘキ ーテトラメチルブチルヒドロパーオキサイド等)、アル キルパーオキサイド類 (ジーtーブチルパーオキサイ ド、t-ブチル-α-クミルパーオキサイド、ジーα-クミルパーオキサイド、1、4 (または1,3) ービス 〔(t-ブチルジオキシ) イソプロピル〕ベンゼン、 2, 5-ジメチル-2, 5-ビス(t-ブチルパーオキ シ) ヘキサン、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - - ビス(t) - ブチルパーオキシ) - 3 - ヘキシン等)、パーオキシ ケタール類(1,1-ビス(t-ブチルパーオキシ)-

4, 4-ビス(t-ブチルパーオキシ)バレレート、 2.2-ビス(t-ブチルパーオキシ)ブタン等)、ア **ルキルバーエステル類(t-ブチルパーオキシアセテー** ト、t-ブチルパーオキシイソブチレート、t-ブチル パーオキシオクトエート、t-ブチルパーオキシピパレ ート、tーブチルパーオキシネオデカノエート、tーブ チルパーオキシー3、5、5 - トリメチルヘキサノエー ト、t-プチルパーオキシベンゾエート、ジ-t-ブチ ルパーオキシフタレート、ジーt-ブチルジパーオキシ **イソフタレート、t-ブチルパーオキシラウレート、** 2, 5-ジメチル-2, 5-ビス (ベンゾイルパーオキ シ)へキサン等)、パーオキシカーボネート類(ビス-(2-エチルヘキシル)パーオキシジカーボネート、ジ イソプロピルバーオキシジカーボネート、ジーsec-ブチルパーオキシジカーボネート、ジ**-n-プロピル**パ ーオキシジカーボネート、ビス(メトキシイソプロピ ル)パーオキシジカーポネート、ビス(3-メトキシブ チル) パーオキシジカーボネート、ビス(2-エトキシ エチル)パーオキシジカーボネート、ビス(4-t-ブ **チルシクロヘキシル)パーオキシジカーボネート、o.・** ο – ブチル ο – イソプロビルパーオキシカーボネート 等)及び水溶性パーオキサイド(コハク酸パーオキサイ ド等)がある。)等が挙げられるが、過酸化水素(H, ○2) が適している。酸化剤の添加濃度は、0.01~ 0.79重量%、好ましくは0.03~0.10重量% である。酸化剤の含有量が多いとエッチング速度が速く なりプラグロスが発生し、逆にここに示した範囲よりも 少ないと研磨速度が遅くなる傾向にある。

【0013】アミノ酸は、溶媒に溶けるものであれば特 イソブチリルパーオキサイド、オクタノイルパーオキサ 30 に限定されることなく使用することが出来る。具体的に は、L-グルタミン酸、D-グルタミン酸、L-グルタ ミン酸-塩酸塩、L-グルタミン酸ナトリウム-水和 物、L-グルタミン、グルタチオン、グリシルグリシ ン、DL-アラニン、L-アラニン、β-アラニン、D -アラニン、 γ -アミノ酪酸、 ϵ -アミノカプロン酸、 L-アルギニン-塩酸塩、L-アスパラギン酸、L-ア スパラギンー水加物、L-アスパラギン酸カリ、L-ア スパラギン酸カルシウム三水塩、D-アスパラギン酸、 L-チトルリン、L-トリプトファン、L-スレオニ サン2, 5-ジヒドロパーオキサイド、1, 1, 3, 3 40 ン、L-アルギニン、グリシン、L-シスチン、L-シ ステイン、L-システイン塩酸塩-水和物、L-システ インエチルエステル塩酸塩、L-システインメチルエス テル塩酸塩、N-アセチルーLーシステイン、L-ヒス チジン、L-ヒスチジン塩酸塩-水和物、L-オキシブ ロリン、L-イソロイシン、L-ロイシン、L-リジン -塩酸塩、DL-メチオニン、L-メチオニン、L-オ ルニチン塩酸塩、L-フェニルアラニン、D-フェニル グリシン、L-プロリン、L-セリン、L-チロシン、 L-バリンなどが挙げられるが、グリシンが好ましい。 3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、n-ブチル= 50 アミノ酸の添加濃度は0.01~0.79重量%、好ま 7

しくは0.05~0.3重量%、より好ましくは0.1 ~0.2重量%である。

- 5

41

【0014】またこの発明において、酸化剤及びアミノ 酸の濃度の合計は0.10~0.8重量%、好ましくは 0. 15~0. 4重量%、より好ましくは0. 15~ 0.25重量%である。

【0015】抑制剤としては、銅表面に物理吸着または 化学吸着し被膜を形成することにより銅の溶出を抑制さ せる物質であれば良く、ベンゼン環、ビリジン環、ビラ ジン環、ペンゾキノン環、メラミン環から成る群から選 10 択される芳香族六員環と、芳香族環内にある、又は芳香 族環と結合した、窒素原子、酸素原子、硫黄原子から成 る群から選択される少なくとも2個のヘテロ原子とを有 する芳香族有機化合物であって、具体的には、ベンゾト リアゾール、ベンゾフロキサン、2, 1, 3 –ベンゾチ アジゾール、O-フェニレンジアミン、M-フェニレン ジアミン、カテコール、O-アミノフェノール、2-メ ルカプトベンゾチアゾール、2-メルカプトベンゾイミ ダゾール、2-メルカプトベンゾオキサゾール、メラミ ン及びそれらの誘導体が挙げられるが、ベンゾトリアゾ 20 ール及びその誘導体が好ましい。抑制剤の添加濃度は 0.0001~0.5重量%、好ましくは0.001~ 0.05重量%である。抑制剤の含有量が少ないとエッ チング速度が速くなりプラグロスが発生し、逆にここに 示した範囲よりも多いと研磨速度が遅くなる傾向にあ る。

【0016】本発明の化学機械研磨組成物の製造方法 は、一般的な遊離砥粒研磨スラリー組成物の製造方法が 適用出来る。即ち、分散媒として水を用いて、分散媒に 研磨材粒子を適量混合する。必要であるならば保護剤を 適量混合する。との状態では、研磨材粒子表面は空気が 強く吸着しているため、ぬれ性が悪く凝集状態で存在し ている。そこで、凝集した研磨材粒子を一次粒子に解砕 するために粒子の分散を実施する。分散行程では一般的 な分散方法および分散装置を使用することが出来る。具 体的には、例えば超音波分散機、各種ビーズミル分散 * *機、ニーダー、ボールミルなどが適用できる。本発明で 使用するアミノ酸及び抑制剤は、分散行程時にまたは分 散終了後に混合しても良い。酸化剤に関しては、分解が 促進するため研磨に使用する直前に混合することが好ま しい。

[0017]

【実施例】実施例1及び2、比較例1及び2

本実施例では、研磨速度の増大を目的として酸化力と酸 化抑制力とのバランスを調べるために、銅ブロック(高 |純度科学社製)(以下"バルク銅"という。)及びSi 基板上にスパッタ法により銅を堆積させたウエハ膜(以 下"フィルム鍋"という。) について研磨実験を行いエ ッチング速度及び研磨速度を測定した。用いた化学機械 **研磨組成物の組成を表1に示す。ヒュームドシリカは日** 本アエロジル社製Aemsi150、ベンゾトリアゾー ルは関東化学杜製、過酸化水素は関東化学杜製純度34 %のもの、グリシンは関東化学杜製のものを用いた。研 磨実験は、日本エンギス(株)製自動精密ラッピングマ シンHYPREREZ J-3801N型を使用して行った。研磨機の定 盤には研磨パッド(ロデール・ニッタ製IC1400)を張り 付けて使用した。研磨条件は、加工圧力300g/cm/、定盤 回転数110rpm、スラリー研磨液供給量100ml/min、ウェ ハ-回転数を110rpmとした。バルク銅に関してエッチン グ速度及び研磨速度を算出するために、下式のように、 試験前後の重量変化から比重を用いて排除体積を計算し た後、表面積で割り更に試験時間で割ることにより各速 度を算出した。

速度(nm/分)=重量変化/比重/表面積/試験時間 フィルム銅に関してエッチング速度及び研磨速度を算出 するために、下式のように、AFM(原子間力電子顕微 鏡)を用いることにより試験前後の膜厚変化を算出し更 にそれを試験時間で割ることにより各速度を算出した。 速度 (nm/分)= 膜厚変化/試験時間 これらの結果を表1に示す。

[0018]

【表1】

| | 実施例1 | 実施例2 | 比較例1 | 比較例2 |
|---------------|---------------|--------|-------|-------|
| 組成 (重量%) | | | | |
| ヒュームドシリカ | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 過酸化水素(34%水溶液) | 0.25 | 0.25 | 1.0 | 1.0 |
| グリシン | 0.125 | 0.625 | 1.0 | 2.5 |
| ベンゾトリアゾール | 0.01 | 0.01 | 0.05 | 0.05 |
| 水 | 89.615 | 89.115 | 87.95 | 86.45 |
| エッチング速度(nm/分) | | | | |
| パルク銀 | 0.093 | 0.34 | 0.653 | 0.68 |
| フィルム銅 | 0.00 | 0.30 | 0.60 | 1.23 |
| 研磨速度 (nm/分) | | | | |
| パルク銅 | 256. 0 | 246.5 | 86.6 | 153.2 |
| フィルム銅 | 400.0 | 385.0 | 44.0 | 97.1 |

[0019]

【発明の効果】表1の比較例1及び2においては、酸化

げてゆくと、予想されるとうりに、エッチング速度が下 がると共に研磨速度も下がって行く。しかし、実施例1 剤(過酸化水素)及びアミノ酸(グリシン)の濃度を下 50 及び2において、酸化剤及びアミノ酸の合計濃度が0.

8重量% (即ち、0.25 x 0.34 + 0.625 = 0.71)を下 回るあたりから、その予想に反してエッチング速度が下 がるのに対し研磨速度が早くなっていくことが解る。即

ち、本発明の組成を有する化学機械研磨組成物を用いる とエッチング速度を抑えかつ高い研磨速度で研磨するこ とが可能となる。

4 1